



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

232 870

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 39/07

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 28 12 82
(21) (PV 9839-82)

(40) Zveřejněno 17 07 84
(45) Vydáno 01 01 87

(75)

Autor vynálezu

ČIERNIK JÁN ing. CSc.,
AMBROS DUŠAN ing. CSc.,
SPOUSTA EDUARD ing., CSc.,
BARTÁŠKOVÁ PAVLA ing., BRNO

(54)

Způsob chemické rafinace 2,6-xylenolu

Vynález se týká chemické rafinace technického xylenolu zahříváním s formaldehydem nebo paraformaldehydem při pH 4 až 7. Koncentrace vodíkových iontů se udržuje přidavkem 5 až 150 hmotnostních látek tvořících tlumivé roztoky na použitý paraformaldehyd.

Tlumivé roztoky umožňují přesné udržení optimálních podmínek kondenzační reakce, nižší koncentraci katalyzátoru a případně jeho opakované využití.

Vynález se týká způsobu chemického čištění (rafinace) surového 2,6-xylenolu jeho zahříváním s paraformaldehydem.

Zdrojem 2,6-xylenolu je reakční směs po metylaci fenolu, která obsahuje především metylfenoly (o-, m- a p-krezoly), di- a trimethylfenoly. V menší míře, z kvantitativního hlediska nepodstatné, i další produkty metylace fenolu. Podle reakčních podmínek metylace fenolu obsahuje reakční směs různý poměr o-krezolu a 2,6-xylenolu a to podle požadavku zda hlavním produktem metylace má být o-krezol nebo 2,6-xylenol. Po oddestilování o-krezolu zůstává ve zbytku reakční směsi jako hlavní a nejdůležitější složka 2,6-xylenol. Z ostatních metylderivátů fenolu tvoří samotné o-, m- a p-krezoly 90 až 95 % nečistot.

Z této směsi se dosud izoloval a izoluje 2,6-xylenol fyzikálními postupy jako jsou rektifikace, krystalizace, respektive frakční krystalizace nebo kombinací těchto postupů. Pro všechny tyto postupy je charakteristické, že jsou značně energeticky náročné, zdlouhavé a vyžadují složité a nákladné zařízení.

Je známo, že rafinaci technického 2,6-xylenolu lze provádět jeho zahříváním s formaldehydem nebo paraformaldehydem za přítomnosti katalyzátorů.

Předmětem vynálezu je způsob chemické rafinace technického 2,6-xylenolu, obsahujícího jako nečistoty deriváty fenolu mající alespoň jednu volnou ortho-polohu vzhledem k fenolické OH-skupině, zahříváním s formaldehydem nebo s paraformaldehydem při pH 4 až 7, při kterém se koncentrace vodíkových iontů v reakčním prostředí upravuje látkami tvořícími tlumivé roztoky v rozmezí pH 4 až 7 v množství 5 až 150 hmotnostních % na použitý formaldehyd. Použité množství formaldehydu nebo paraformaldehydu hmotnostně závisí na obsahu nečistot fenolického charakteru a zpravidla nepřevyšuje obsah nečistot. K podstatnému poklesu těchto nečistot dochází i při použití 25 až 50 % tohoto množství formaldehydu.

Z látek vytvářející tlumivé roztoky v rozsahu pH 4 až 7, jsou pro tyto účely vhodné například směsi : primární fosforečnan draselný se sekundárním fosforečnanem sodným, hydroxid sodný a sekundární citran sodný, hydroxid sodný a primární fosforečnan draselný, borax a primární fosforečnan draselný, hydroxid sodný a primární ftalan draselný, sekundární citran sodný, kyselina citronová a primární fosforečnan sodný nebo borax a primární citran draselný. Obsah těchto látek se pohybuje v rozmezí 5-100 hmotnostních % na použitý formaldehyd nebo paraformaldehyd.

Nejvhodnější teplota chemické rafinace technického 2,6-xylenolu formaldehydem nebo paraformaldehydem je teplota bodu varu reakční směsi, která závisí na obsahu nečistot a pohybuje se v praxi v rozmezí 125^o až 175^oC.

Po oddestilování reakční vody z reakční směsi je přdestilovaný 2,6-xylenol téměř úplně zba-vený, nebo alespoň z velké části, výše uvedených nečistot, derivátů fenolu obsahující alespoň jednu volnou ortho-polohu vzhledem k fenolické OH-skupině.

Produkty reakce, především nečistot fenolického charakteru s paraformaldehydem se vyznačují vyšší molekulární hmotností. Při destilaci rafinovaného 2,6-xylenolu s ním netěkají a zůstávají v destilačním zbytku.

Ve srovnání se stejným postupem, ale s použitím solí mastných kyselin jako katalyzátorů, má tento postup výhodu v tom, že je možno přesně volit a udržovat pH reakční směsi podle druhu fenolických nečistot ve prospěch vzniku o-o'-vazeb pro které je nejvýhodnější rozmezí pH 4 až 7. Stopy kyselin vedou ke vzniku p-p'-izomerů, vyšší pH reakční směsi (nad pH 7) způsobuje snížení selektivity ortho-kondenzace což vede ke snížení účinnosti a výtěžnosti rafinace 2,6-xylenolu.

Charakteristickým rysem pro tento nový způsob čištění technického 2,6-xylenolu je jednoduchost a rychlost provedení, jednoduchost a nenáročnost výrobního zařízení se značnou úsporou energie.

Použití látek tvořících tlumivé roztoky umožňuje vzhledem k velké tlumivé kapacitě těchto směsí pracovat s nižšími koncentracemi katalyzátoru, případně opakované využití katalyzátoru.

Vynález osvětlí následující příklady. % v příkladech jsou hmotnostní.

Příklad 1

Do 500 ml tříhrdlé baňky opatřené míchadlem, teploměrem a zpětným chladičem se vnese 305 g technického 2,6-xylenolu obsahující jako nečistoty 15 % jiných metylderivátů fenolu, které vznikají při metylaci fenolu, 12 g paraformaldehydu, 6 g primárního fosforečnanu draselného a 1 g krystalického sekundárního fosforečnanu sodného. Směs se vyhřívá až k bodu varu a při tomto udržuje 4 hodiny. Pak se reakční voda oddestiluje a 2,6-xylenol předestiluje. Získá se 243 g 2,6-xylenolu o obsahu 3,3 % nečistot.

Příklad 2

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 13,6 g primárního fosforečnanu draselného a 0,4 g hydroxidu sodného. Získá se 241 g 2,6-xylenolu s obsahem 2,7 % nečistot.

Příklad 3

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 5,9 g primárního fosforečnanu draselného a 1,1 g boraxu. Získá se 239 g 2,6-xylenolu o obsahu 2,9 % nečistot.

Příklad 4

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 6,3 g sekundárního citranu sodného a 0,8 g hydroxidu sodného. Získá se 238 g 2,6-xylenolu s obsahem 1,8 % nečistot.

Příklad 5

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 5,5 g primárního ftalamu draselného a 0,9 g hydroxidu sodného. Získá se 240 g 2,6-xylenolu s obsahem 1,9 % nečistot.

Příklad 6

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 3 g sekundárního citranu sodného. Získá se 235 g 2,6-xylenolu o obsahu 1,7 % nečistot.

Příklad 7

Postupuje se podle příkladu 1, jen paraformaldehydu se použije 20 g a jako katalyzátor se použije 1 g sekundárního citranu sodného.

Získá se 237 g 2,6-xylenolu o obsahu 1,8 % nečistot.

Příklad 8

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 4,5 g krystalického sekundárního fosforečnanu sodného a 0,7 g kyseliny citronové. Získá se 237 g 2,6-xylenolu s obsahem 1,7 % nečistot.

Příklad 9

Postupuje se podle příkladu 1, jen se použije 2,3 g primárního citranu draselného a 3 g boraxu.

Získá se 240 g 2,6-xylenolu s obsahem 2,6 % nečistot.

Příklad 10

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo paraformaldehydu se použije 100 g 37 %ního vodného roztoku formaldehydu. Nezreagovaný vodný roztok formaldehydu se oddestiluje a 2,6-xylenol predestiluje. Získá se 228 g 2,6-xylenolu o obsahu 3,1 % nečistot.

Příklad 11

Postupuje se podle příkladu 3, jen místo paraformaldehydu se použije 120 g vodného roztoku formaldehydu (37 %ního). Nezreagovaný formaldehyd se oddestiluje a 2,6-xylenol predestiluje. Získá se 231 g 2,6-xylenolu o obsahu 2,7 % nečistot.

Příklad 12

Postupuje se podle příkladu 4, jen místo paraformaldehydu se použije 150 g vodného roztoku formaldehydu (37 %ního). Nezreagovaný formaldehyd se oddestiluje a 2,6-xylenol predestiluje. Získá se 221 g 2,6-xylenolu o obsahu 1,6 % nečistot.

Příklad 13

Postupuje se podle příkladu 1, jen místo paraformaldehydu se použije 450 g vodného roztoku formaldehydu (37 %ního) a jako katalyzátoru se použije 4,6 g primárního citranu sodného s 6 g boraxu. Nezreagovaný formaldehyd se oddestiluje a 2,6-xylenol predestiluje. Získá se 205 g 2,6-xylenolu o obsahu 1,1 % nečistot.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

232 870

Způsob chemické rafinace technického 2,6-xylenolu, obsahujícího jako nečistoty deriváty fenolu alespoň s jednou volnou ortho-polohou k fenolické HO-skupině, zahříváním s formaldehydem anebo s paraformaldehydem při pH 4 až 7, vyznačený tím, že se koncentrace vodíkových iontů v reakčním prostředí upravuje látkami tvořícími tlumivé roztoky v rozmezí pH 4 až 7, v množství 5 až 150 hmotnostních % na použitý paraformaldehyd.